

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
 федеральное государственное автономное
 образовательное учреждение высшего образования
 «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа природных ресурсов
 Направление подготовки 18.04.01 Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Получение модифицированных нефтеполимерных смол с азотосодержащей группой и применение их в составе защитных покрытий

УДК 665.652.2.095.8:620.193

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Хаялиева Лилия Равильевна		

Руководитель ВКР

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Бондалетова Л.И.	к.х.н., доцент		

КОНСУЛЬТАНТЫ ПО РАЗДЕЛАМ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Криницына З.В.	к.т.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Немцова О.А.			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Казьмина О.В.	д.т.н., профессор		

Томск – 2019 г.

Запланированные результаты обучения по программе

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Применять <i>глубокие</i> естественно-научные, математические и инженерные знания для создания <i>новых</i> материалов
P2	Применять <i>глубокие</i> знания в области современных технологий химического производства для решения <i>междисциплинарных</i> инженерных задач
P3	Ставить и решать <i>инновационные</i> задачи <i>инженерного анализа</i> , связанные с созданием материалов и изделий, с использованием системного анализа и моделирования объектов и процессов химической технологии
P4	Разрабатывать химико-технологические процессы, <i>проектировать</i> и использовать <i>новое</i> оборудование для создания материалов, конкурентоспособных на <i>мировом</i> рынке
P5	Проводить теоретические и экспериментальные <i>исследования</i> в области создания <i>новых</i> материалов, современных химических технологий, нанотехнологий
P6	Внедрять, <i>эксплуатировать</i> современные высокотехнологичные линии автоматизированного производства, обеспечивать их <i>высокую эффективность</i> , соблюдать правила охраны здоровья и безопасности труда на химическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды
<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Использовать <i>глубокие</i> знания по <i>проектному менеджменту</i> для ведения <i>инновационной</i> инженерной деятельности с учетом юридических аспектов защиты интеллектуальной собственности
P8	<i>Активно</i> владеть <i>иностранным языком</i> на уровне, позволяющем работать в иноязычной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инновационной инженерной деятельности
P9	Эффективно работать индивидуально, в качестве <i>члена и руководителя группы</i> , состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, демонстрировать ответственность за результаты работы и готовность <i>следовать корпоративной культуре</i> организации
P10	Демонстрировать <i>глубокие</i> знания <i>социальных, этических и культурных аспектов</i> инновационной инженерной деятельности, компетентность в вопросах <i>устойчивого развития</i>
P11	<i>Самостоятельно учиться</i> и непрерывно <i>повышать квалификацию</i> в течение всего периода профессиональной деятельности

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (ТПУ)

Школа Инженерная школа природных ресурсов
 Направление подготовки (специальность) 18.04.01. Химическая технология
 Отделение школы (НОЦ) Отделение химической инженерии

УТВЕРЖДАЮ:
 Руководитель ООП
 _____ Казьмина О.В.
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Магистерской диссертации

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
2ДМ71	Хаялиевой Лилии Равильевне

Тема работы:

Получение модифицированных нефтеполимерных с азотосодержащей группой и применение их в составе защитных покрытий	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	№ 10041 от 25.12.2017

Срок сдачи студентом выполненной работы:	06.06.2019
--	------------

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

<p>Исходные данные к работе</p> <p><i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Объекты исследования – нефтеполимерные смолы на основе фракции C₅, C₅₋₉, C_{дф}, полученные каталитической полимеризацией под действием системы TiCl₄ – Al(C₂H₅)₂Cl .</p>
---	--

Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов <i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i>	Литературный обзор Объекты и методы исследования Обсуждение результатов исследования Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение Социальная ответственность Заключение по работе
Перечень графического материала <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i>	Презентация

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

(с указанием разделов)

Раздел	Консультант
Получение модифицированных нефтеполимерных с азотосодержащей группой и применение их в составе защитных покрытий	к.х.н., доцент Бондалетова Л.И.
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	к.т.н., доцент Криницына З.В.
Социальная ответственность	ассистент отделения общетехнических дисциплин Немцова О.А.
Manufacture of modified polymeric petroleum resins with a nitrogen-containing group and their appliance in protective coatings	ст. преподаватель Якименко Е.В.

Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:

На русском: Литературный обзор, Объекты и методы исследования

На английском: Literary Review, Objects and Methods of Research

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
--	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Бондалетова Л.И.	к.х.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Хаялиева Лилия Равильевна		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
2ДМ71	Хаялиевой Лилии Равильевне

Школа	ИШПР	Отделение школы (НОЦ)	ОХИ
Уровень образования	Магистрант	Направление/специальность	18.04.01 «Химическая технология»

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения
	2. Планирование и формирование бюджета научных исследований
	3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования
Перечень графического материала:	
1. Диаграмма Исикавы 2. Иерархическая структура работ по проекту 3. Иерархическая структура рисков	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент отделения социально-гуманитарных наук	Криницына З.В.	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Хаялиева Лилия Равильевна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
2ДМ71	Хаялиевой Лилии Равильевне

Школа	ИШПР	Отделение школы (НОЦ)	ОХИ
Уровень образования	Магистратура	Направление/специальность	18.04.01 «Химическая технология»

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	<p>Объектом исследования является – нефтеполимерная смола фракции C₅, C₅₋₉, C_{дф}, битум.</p> <p>Рабочая зона – учебная лаборатория ИШПР ОХИ;</p> <p>Методика исследования – получение антикоррозионных покрытий;</p> <p>Область применения – химическое и нефтехимическое производство.</p>
--	---

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны. 	<ul style="list-style-type: none"> - "Трудовой кодекс Российской Федерации" от 30.12.2001 N 197-ФЗ (ред. от 31.12.2014) - организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны: технический перерыв, проветривание, средства защиты, аптечка.
<p>2. Производственная безопасность:</p> <p>2.1 Анализ выявленных вредных и опасных факторов;</p> <p>2.2 Обоснование мероприятий по снижению воздействия.</p>	<p><i>Опасные и вредные факторы:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> - вредные вещества (хлороформ, азотная кислота, серная кислота); - отклонение параметров микроклимата в помещении; - недостаточная освещённость рабочего места; - повышенный уровень шума; - повышенный уровень вибрации; - электробезопасность;
<p>3. Экологическая безопасность:</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Защита селитебной зоны; - воздействие объекта на атмосферу и гидросферу отсутствует; - отходы собирают в специальные сливы, которые в дальнейшем утилизируют согласно правилам утилизации ЛВЖ;

4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	<i>К чрезвычайным ситуациям относится возникновение пожара на рабочем месте в результате разлива ЛВЖ, облив химикатами, ожог кислотами и неисправностями в электрооборудовании.</i>

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент отделения общетехнических дисциплин	Немцова О.А.			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
2ДМ71	Хаялиева Лилия Равильевна		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа изложена на 140 страницах, содержит 29 рисунков, 41 таблицу, 56 источников.

Ключевые слова: нефтеполимерная смола (НПС), нитрованная нефтеполимерная смола (N-НПС), нефтеполимерная смола с аминогруппой (А-НПС), модификация, битумно-смоляная композиция.

Объектами исследования являются нефтеполимерные смолы на основе фракции C_5 , C_{5-9} , $C_{ДФ}$, полученные каталитической полимеризацией под действием системы $TiCl_4 - Al(C_2H_5)_2Cl$.

Цель работы – модификация нефтеполимерных смол на основе фракции C_5 , C_{5-9} , $C_{ДФ}$ путем их нитрования, восстановление нитрогрупп до аминогрупп и получение защитных покрытий с улучшенными характеристиками на их основе.

В процессе исследования проводились: модификация нефтеполимерных смол; анализ полученных при этом смол и дальнейшее использование их в качестве компонентов битумно-смоляных композиций.

Основные технологические характеристики: процесс модификации протекает при относительно невысокой температуре (70 °C), недорогой и прост в реализации.

Область применения: полученные результаты имеют практическую и теоретическую значимость, разработанные технологии могут быть востребованы, главным образом, в нефтехимической и лакокрасочной промышленности.

Экономическая значимость работы: проект эффективен и конкурентоспособен.

Нормативные ссылки

1. ГОСТ 4765-73. Материалы лакокрасочные. Метод определения прочности при ударе.
2. ГОСТ 15140-78. Методы определения адгезии.
3. ГОСТ 32299-2013 (ИСО 4624:2002). Материалы лакокрасочные. Определение адгезии методом отрыва.
4. ГОСТ Р 52740-2007. Метод определения прочности покрытия при изгибе вокруг цилиндрического стержня.
5. ГОСТ 9.401-91. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия лакокрасочные. Общие требования и методы ускоренных испытаний на стойкость к воздействию климатических факторов.
6. ГОСТ 9.403-80. (СТ СЭВ 5260-85) Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия лакокрасочные. Методы испытаний на стойкость к статическому воздействию жидкостей.
7. ГОСТ 21513-76. Материалы лакокрасочные. Методы определения водо- и влагопоглощения лакокрасочной пленкой.
8. ГОСТ 4765-73 Материалы лакокрасочные. Метод определения прочности при ударе.
9. ГОСТ 12.1.003-2014 ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.
10. ГОСТ 12.1.012-90 ССБТ. Вибрационная болезнь. Общие требования.
11. ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
12. ГОСТ 12.1.019-2017 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

Обозначения и сокращения

НПС – нефтеполимерная смола;

N-НПС – нитрованная нефтеполимерная смола;

A-НПС – нефтеполимерная смола с аминогруппой;

НПС_{C5} – нефтеполимерная смола, полученная каталитической полимеризацией фракции C₅ (система TiCl₄ – Al(C₂H₅)₂Cl);

НПС_{C5-9} – нефтеполимерная смола, полученная каталитической полимеризацией широкой фракции C₅₋₉ (система TiCl₄ – Al(C₂H₅)₂Cl);

НПС_{ДФ} – нефтеполимерная смола, полученная каталитической полимеризацией дициклопентадиеновой фракции (система TiCl₄ – ДЭАХ);

БСП – Битумно-смоляное покрытие

БСК – Битумно-смоляная композиция

ДФ – Дициклопентадиеновая фракция

ЖПП – Жидкие продукты пиролиза

Содержание

Введение.....	15
1 Литературный обзор.....	17
1.1 Сырье для синтеза нефтеполимерных смол.....	17
1.2 Получение нефтеполимерных смол.....	19
1.3 Свойства нефтеполимерных смол.....	20
1.4 Модификация нефтеполимерных смол.....	21
1.5 Композиции на основе битума.....	25
1.5.1 Битумные композиции на основе нефтеполимерных смол.....	27
2 Объекты и методы исследования.....	28
2.1 Характеристика исходных веществ и реактивов.....	28
2.2 Методы модификации нефтеполимерных смол.....	29
2.2.1 Методика получения нитрованных нефтеполимерных смол.....	29
2.2.2 Методика получения нефтеполимерных смол с аминогруппой...	30
2.2.3 Методика получения битумно- смоляных композиций.....	31
2.3 Приготовление лакокрасочного покрытия.....	31
2.4 Приготовление пластинок для покрытия.....	32
2.5 Методика получения покрытия.....	32
2.6 Исследование технических характеристик НПС и битумно-смоляных покрытий на их основе.....	33
2.6.1 Метод определения адгезии.....	33

2.6.2	Определение адгезии методом отрыва.....	36
2.6.3	Метод определения прочности на изгиб.....	37
2.6.4	Метод определения прочности при ударе.....	38
2.7	Исследование гидроизоляционных свойств битумно-смоляных покрытий.....	40
2.7.1	Определение влагопоглощаемости покрытия.....	40
2.7.2	Определение водостойкости покрытия.....	40
2.8	Исследование антикоррозионных свойств битумно-смоляных покрытий.....	41
2.9	Методика определения кислотного числа.....	41
2.10	Методика определения бромного числа.....	43
2.11	Исследование структуры с помощью ИК-спектроскопии.....	45
2.12	Определение молекулярной массы.....	46
2.13	Исследование защитных свойств битумно-смоляных покрытий электрохимическим методом.....	48
3	Обсуждение результатов.....	51
3.1	Результаты исследования физико-механических свойств модифицированных смол и покрытий на их основе.....	56
3.2	Защитные характеристики битумно-смоляных покрытий.....	61
3.2.1	Влагопоглощение.....	61
3.2.2	Водостойкость.....	62
3.2.3	Кислотостойкость.....	64

3.2.4 Щелочестойкость.....	66
3.2.5 Защитные свойства битумно-смоляных покрытий, полученные электрохимическим методом.....	68
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	72
4.1 Предпроектный анализ.....	72
4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования.....	72
4.1.2 Диаграмма Исикавы.....	73
4.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	74
4.1.4 Методы коммерциализации результатов научно- технического исследования.....	76
4.2 Инициация проекта.....	76
4.2.1 Организационная структура проекта.....	78
4.2.2 Ограничения и допущения проекта.....	79
4.3 Планирование управления научно-техническим проектом.....	79
4.3.1 Иерархическая структура работ проекта.....	79
4.3.2 Контрольные события проекта.....	80
4.3.3 План проекта.....	81
4.3.4 Бюджет научного исследования.....	84
4.3.5 Матрица ответственности.....	91
4.3.6 Реестр рисков проекта.....	92
4.3.7 План управления контрактами и поставками.....	93

4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	94
4.4.1 Оценка сравнительной эффективности исследования.....	94
5. Социальная ответственность	98
5.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.....	98
5.2 Производственная безопасность.....	101
5.2.1 Анализ выявленных вредных и опасных факторов.....	103
5.2.2 Обоснование мероприятий по снижению воздействия.....	108
5.3 Экологическая безопасность.....	111
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	113
Заключение.....	114
Список публикаций.....	115
Список литературы.....	116
Приложение А. Разделы, выполненные на иностранном языке № 1, 2.....	122

Введение

Пиролиз углеводородного сырья, в частности прямогонного бензина и широкой фракции легких углеводородов, является основным процессом, позволяющим получать наиболее востребованные мономеры – этилен и пропилен. Несмотря на продолжающиеся работы в области улучшения конструкций пиролизных печей и оптимизации режимов, процессы получения низших олефинов сопровождаются образованием порядка 20 % побочных продуктов, использование которых представляет серьезную технико-экономическую проблему, связанную с повышением рентабельности производства.

Разработка технологически эффективных и экономичных способов использования побочных жидких продуктов пиролиза является *актуальной задачей*. Одно из направлений их переработки – получение нефтеполимерных смол (НПС). НПС обладают уникальными физико-химическими свойствами, находят применение в лакокрасочной промышленности в качестве заменителей растительных масел, канифоли, используются как мягчители резин в резинотехнической и шинной промышленности. Преимуществом НПС по сравнению с компонентами растительного происхождения является их невысокая стоимость [1].

Улучшение эксплуатационных характеристик НПС, устранение недостатков (окисляемость, низкая адгезия), а также расширение области применения НПС могут быть достигнуты путем их модификации – введением различных функциональных групп в структуру молекулы.

Целью данной работы является модификация нефтеполимерных смол на основе фракции C_5 , C_{5-9} , $C_{дф}$ путем их нитрования, восстановление нитрогрупп до аминогрупп и получение защитных покрытий с улучшенными характеристиками на их основе.

В процессе исследования проводились: модификация нефтеполимерных смол; анализ полученных при этом смол и дальнейшее использование их в качестве компонентов битумно-смоляных композиций.

Научная новизна:

- 1) Впервые получены нефтеполимерные смолы с нитро- и аминогруппами.
- 2) Покрытия на основе модифицированных смол обладают лучшей прочностью при ударе и адгезией к металлу.

Практическая значимость:

- 1) Разработан способ получения битумно-смоляных композиции, заключающийся в смешении растворов битума и смолы в толуоле при заданном соотношений (0-15% смолы) и температуре 20-25 °С.
- 2) Установлено, что битумно-смоляные композиции обладают высокими показателями адгезии, прочности при ударе и изгибе.
- 3) Методами погружения в растворы кислоты, щелочи, соли и электрохимическим методом показано, что полученные битумно-смоляные композиции имеют высокие защитные и антикоррозионные свойства

Апробация работы.

Материалы работы докладывались на XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени Л.П. Кулёва «Химия и химическая технология в XXI веке» (Томск, 2018, 2019); на XXII Международном научном симпозиуме студентов и молодых ученых им. академика М.А. Усова «Проблемы геологии и освоения недр» (Томск, 2018); на 73-ей Международной молодежной научной конференции «Нефть и газ-2019» (Москва, 2019).

1 Литературный обзор

1.1 Сырье для синтеза нефтеполимерных смол

Жидкие побочные продукты пиролиза этилен-пропиленовых производств прежде всего являются широкой сырьевой базой для производства нефтеполимерных смол (НПС). Состав фракций зависит от условий пиролиза и типа сырья. При этом высококачественные НПС фракции C_8 – C_9 с температурой выкипания 120–200 °С привлекают большое внимание исследователей. Желание нефтехимической промышленности наращивать объем производства топлива, вызывает участие фракции C_8 – C_9 в производстве бензина, что влечёт за собой потери содержания ароматических углеводородов (стирола, α -метилстирола, индена, винилтолуолов и дициклопентадиена), как ценного сырья.

В зависимости от природы исходных материалов, которые образуются в результате глубокого крекинга нефтяных дистиллятов, можно выделить три основных класса нефтеполимерных смол: алифатические, ароматические и дициклопентадиеновые (ДЦПД).

Алифатические нефтеполимерные смолы основаны на потоках сырья C_4 – C_6 , содержащих различные количества пиперилена (1,3- пентадиена), изопрена и различных моноолефинов в дополнение к не полимеризуемым парафиновым соединениям.

Ароматические нефтеполимерные смолы содержат значительное количество стирола, α – метилстирола, индена, винилтолуола, и дициклопентадиена. Диапазон кипения при атмосферном давлении составляет около 140 – 200 °С; таким образом, низкокипящие углеводороды C_5 отсутствует.

Дициклопентадиеновые нефтеполимерные смолы являются ненасыщенными, поэтому их можно химически модифицировать. Обычно их изготавливают термической полимеризацией в отсутствие катализатора. Исходная ДЦПД смола содержит в себе 70 – 95 % дициклопентадиена, а также

димеры метилциклопентадиена, индена и стирола и др. Температура размягчения этих смол составляет около 100 °С [2].

С использованием газожидкостной (для фракции C₅) и газовой хроматографии (для фракции C₈–C₉) на капиллярных колонках можно определить химический состав фракции. Состав фракции C₅, C₉ получаемых на установке при пиролизе бензина, представлены в таблицах 1 и 2 [3].

Таблица 1 – Состав фракций C₅ пиролиза бензина.

Компонент	Содержание, % мас.	Компонент	Содержание, % мас.
изопентан	10,83	2-метилбутен-2	1,89
<i>n</i> -пентан	18,64	циклопентен	2,62
циклопентан	2,31	изопрен	15,93
2-метилбутен-1	0,43	циклопентадиен	25,83
пентен-1	2,76	<i>транс</i> -пентадиен-1,3	5,94
2-метилбутен-1	4,43	<i>цис</i> -пентадиен-1,3	3,61
<i>транс</i> -пентен-2	2,03	пентадиен-1,4	1,26
<i>цис</i> -пентен-2	1,42	пентадиен-1,2	следы

Таблица 2 – Состав C₉ фракций пиролиза.

Компонент	Содержание, % мас.	Компонент	Содержание, % мас.
Этилбензол	1,24	<i>о</i> -Этилтолуол	1,57
<i>n</i> -Ксилол	1,45	α - Метилстирол	1,73
<i>м</i> -Ксилол	4,95	Дициклопентадиен	13,94
<i>о</i> -Ксилол	3,83	<i>n</i> -, <i>м</i> -Винилтолуол	9,35
Неароматические углеводороды	6,01	Углеводороды C ₁₀ -C ₁₁	10,9
<i>n</i> -Пропилбензол	1,0	Нафталин	2,26
<i>n</i> -Этилтолуол	1,63	Инден	0,96
<i>м</i> -Этилтолуол	4,69	Стирол	8,30

Состав дициклопентадиеновой фракции жидких продуктов пиролиза прямогонного бензина представлена в таблице 3 [4].

Таблица 3 – Состав дициклопентадиеновой фракции

Компоненты	Содержание, % мас.
Бензол	5,0
Толуол	7,8
Этилбензол	0,7
<i>м-, п</i> -Ксилолы	0,9
Стирол	1,0
α - Метилстирол	1,0
Дициклопентадиен	55,8
Инден	17,2
Неароматические C ₆ –C ₈	3,3
Неидентифицированные ароматические	4,8
Неидентифицированные	2,5
Всего	100

В целом же фракции различных производителей характеризуются нестабильным содержанием отдельных компонентов, что создает дополнительные трудности при производстве НПС.

С экономической точки зрения для синтеза нефтеполимерных смол необходимо использовать сырье, которое содержит 30 % реакционноспособных, непредельных углеводородов.

1.2 Получение нефтеполимерных смол

Одним из методов переработки побочных продуктов пиролизных производств, содержащих 30-50 % непредельных соединений, является полимеризация с образованием нефтеполимерных смол. Как правило для синтеза нефтеполимерных смол используют фракции жидких продуктов пиролиза, представляющих собой сложную смесь непредельных углеводородов, оценить влияние которых на процесс полимеризации в этом случае практически невозможно. На процесс полимеризации при получении нефтеполимерных смол оказывают влияние различные факторы. В сырье для

синтеза НПС, в том числе и жидкие продукты пиролиза, легко полимеризуются диеновые соединения с сопряженными двойными связями: они образуют ненасыщенный полимер. Различают несколько способов полимеризации НПС: термическая и каталитическая [5].

Термическая полимеризация нефтеполимерных смол является наиболее простой как в технологическом плане, так и в аппаратном оформлении. Процесс проводится при температуре 140–200 °С и давлении 0,8 – 1,0 МПа в течение 4 – 10 ч, что обеспечивает проведение процесса в жидкой фазе [6].

Этот метод дешевле, чем каталитический, но он дает более темные смолы. Преимущество состоит в том, что приготовление и последующие стадии удаления катализатора (инициатора) исключаются из процесса. К недостаткам процесса следует отнести более низкий выход смол и большую продолжительность реакции.

Каталитической полимеризацией получают алифатические, ароматические и сополимерные НПС. *Катионная полимеризация* обширно используется для изготовления НПС. В качестве катализаторов применяют кислоты Льюиса – SnCl_4 , SnCl_5 , TiCl_4 , AlCl_3 и др. Значительно множество процессов в практике синтеза нефтеполимерных смол используют AlCl_3 и каталитические комплексы на его основе. Так, эфиры акриловых кислот образуют комплексы с тетрахлоридом титана, которые использовались в сополимеризации с мономерами фракций жидких продуктов пиролиза.

Процесс каталитической полимеризации фракции продуктов пиролиза обеспечивает высокий выход нефтеполимерных смол и возможностью регулирования их качества за счет изменений условий [2].

1.3 Свойства нефтеполимерных смол

Нефтеполимерные смолы представляют собой низкомолекулярные термопластичные углеводородные смолы, получаемые полимеризацией жидких продуктов пиролиза нефтепродуктов.

В зависимости от сырья и условий полимеризации, температура размягчения нефтеполимерных смол может варьироваться от 70 до 150 °С с молекулярной массой 500 - 2500. Цвет смолы может изменяться от бледно-желтого до темного-коричневого. Особыми характеристиками НПС являются их растворимость и совместимость.

Они растворимы в ароматических и алифатических растворителях, простых эфирах, кетонах, не растворимы в низших спиртах. Также НПС совместимы с широким спектром других смол и полимеров. Алифатические нефтеполимерные смолы совместимы с жирными алкидными смолами, растительными и нефтяными маслами, но несовместимы с касторовым маслом, нитроцеллюлозой, нитрильными каучуками

Структура нефтеполимерных смол очень сложна. Типичные характеристики НПС приведены в таблице 4 [2].

Таблица 4 – Основные свойства нефтеполимерных смол

Нефтеполимерная смола	Точка размягчения, °С	Цвет, единицы	Бромное число	Плотность, г/см ³
Алифатическая (C ₅)	70-150	3-9	23-45	0,88-0,98
Ароматическая (C ₉)	95-140	7-11	3-22	1,04-1,09
Дициклопентадиеновая (ДЦПД)	90-100	7-11	55-60	1,11

Благодаря химической стойкости к воздействию кислот и щелочей, и способности к пленкообразованию, НПС нашли применение в лакокрасочных промышленности. В частности, они используются для получения различных композиционных материалов, битумно-смоляных, масляно-смоляных лаков [2]. Кроме того, большой интерес для исследователей представляет использование нефтеполимерных смол из-за низкой себестоимости сырья.

1.4 Модификация нефтеполимерных смол

В связи с ограниченностью использования НПС в качестве самостоятельного пленкообразующего возникает необходимость их функционализации, которая расширяет области их использования и позволяет улучшить физико-химические свойства. Модификация НПС может быть достигнута за счет введения функциональных групп в структуру НПС или введения различных добавок в её состав [8].

Модификация НПС малеиновым ангидридом снижает их окисляемость. Устойчивость малеинизированных смол по отношению к кислороду объясняется тем, что малеиновый ангидрид блокирует сопряженные двойные связи ненасыщенных соединений исходной смолы, по которым происходит присоединение кислорода [9].

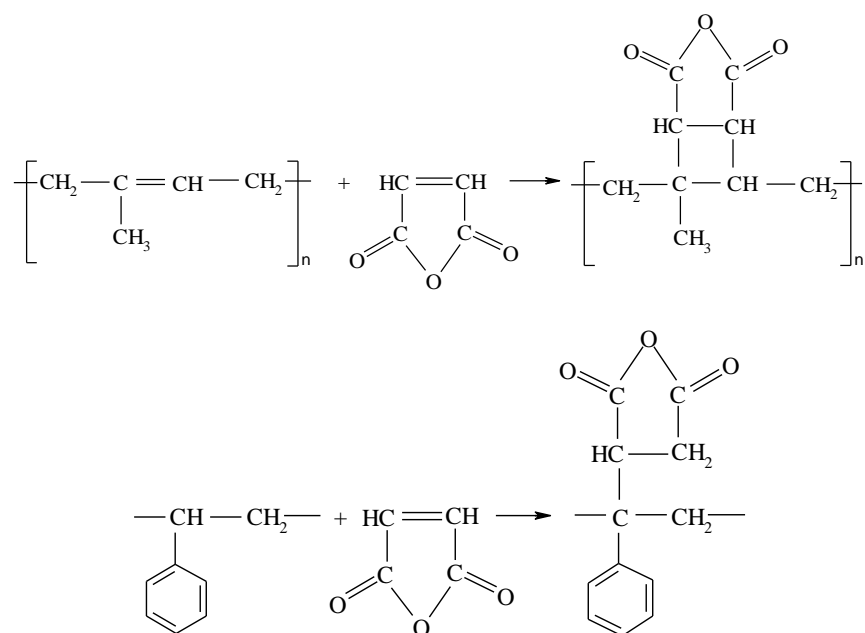
При обработке НПС 15 % малеиновым ангидридом при температуре 180 – 200 °С в течение 12 ч происходит полное подавление ее окисляемости. Модификация НПС малеиновым ангидридом в присутствии различных добавок (органических фосфатов, металлов II группы, углекислого газа) приводит к получению смолы с высокой стойкостью к повышенным температурам и атмосферным воздействиям [7].

Имеется достаточно много данных, свидетельствующих о возможности модификации нефтеполимерных смол не только малеиновым ангидридом, но и различными α , β -ненасыщенными многоосновными кислотами.

Обработка НПС α , β -ненасыщенными многоосновными кислотами улучшает проклеивающие свойства составов на их основе, водостойкость.

Введение полярных кислородсодержащих групп в составе нефтеполимерных смол осуществляется их взаимодействием с α , β - ненасыщенными дикарбоновыми кислотами [10].

Малеинизация смол улучшает такие характеристики как, температура размягчения, число омыления и йодное число, изменяются адгезионные и прочностные свойства. По сравнению с исходными смолами, повышается совместимость с полярными углеводородами [11].



Малеинизированные нефтеполимерные смолы при температуре 120 – 150 °С получают смешением нефтеполимерных смол с ангидридом в присутствии алюминийорганических соединений (диэтилалюминийхлорида, триэтилалюминия) [11].

Смолы ДЦПД могут реагировать с малеиновым ангидридом, олифой или канифолью при термообработке. Очень важной модификацией является каталитическое гидрирование смол, которое дает высококачественные смолы с различной растворимостью и совместимостью, чем исходные смолы [12].

Окисление в мягких условиях приводит к появлению в составе смолы гидроксильных или эпоксидных групп, а применение сильных окислителей (например, KMnO_4) – карбоксильных. Широко используемым типом окислителей являются органические надкислоты, под действием которых в мягких условиях образуются продукты окисления [13, 14].

Окисление смолы в присутствии кислорода воздуха в работе [15] осуществляется в растворителе (хлорбензол) в присутствии динитрила азоизомасляной кислоты. Путем продувания через расплавленные смолы воздуха при 180 °С происходит модификация НПС, которая приводит к повышению кислотного числа. Такие смолы могут быть применимы в качестве

лакокрасочного покрытия, с высокими адгезионными и техническими характеристиками.

В работе [16] предложен способ эпоксидирования НПС с использованием пероксидных иницирующих систем с концевыми эпоксидными группами. В связи с нестабильностью катализатора при высоких температурах, ухудшаются технологические характеристики процесса, что является недостатком этого метода.

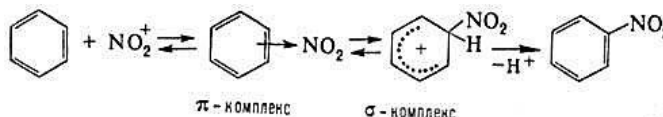
Озонирование является одним из методов введения кислородосодержащей группы в органическую молекулу по месту двойной связи [17]. Достоинство метода озонирования является лёгкость в управлении реакцией с высоким выходом целевого продукта, не требуя применения катализатора и протекающая в широком интервале температур ($-120...+120\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Модифицирование НПС с помощью озонирования ненасыщенных углеводородов смесью озона и кислорода предлагается в работах [18,19]. Озонирование смол приводит к снижению окисляемости смол кислородом воздуха за счёт уменьшения кратных связей, которая способна привести к улучшению адгезионных свойств. Процесс осуществляется в растворителе в присутствии озono-кислородной смеси. К улучшению адгезионных и прочностных характеристик покрытий приводит содержание в составе продукта пероксидных, карбоксильных и карбонильных групп.

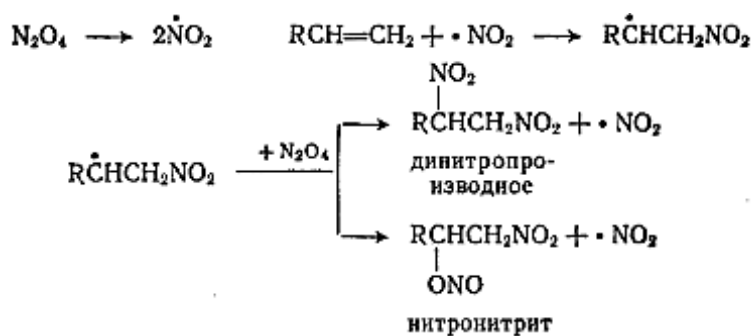
Модификация НПС может быть достигнута за счет введения функциональных групп в структуру НПС или введения различных добавок в ее состав.

В данной работе [20] модификацию осуществляли по стандартной методике, учитывая, что исследуемая нефтеполимерная смола на 75 % состоит из стирольных звеньев и нитрованию подвергается каждое третье звено полимерной цепи. Нитрование 50 % раствора смолы в хлороформе выполняли двумя способами, которые разработаны для нитрования ароматических соединений: 1) нитрующий агент – 63 % азотная кислота, используемая в

концентрации 30 % (масс.) от массы смолы; 2) нитрующий агент – смесь азотной и серной кислот в мольном соотношении 1:1. Во втором случае на первой стадии реакции происходит образование иона нитрония $+NO_2$, который и является электрофильным агентом:



Реакция нитрования олефиновых углеводородов протекает по радикально-цепному механизму. Алканы реагируют с 10 % раствором азотной кислоты при температуре 140 °С.



Одним из методов получения алифатических, ароматических аминов может быть восстановление соответствующих нитросоединений железными опилками в присутствии соляной кислоты. Восстановление осуществляется в органическом растворителе при температуре 50 - 60 °С с высоким выходом продукта [21].

В данной работе была исследована модификация нефтеполимерных смол на основе фракции C_5 , C_{5-9} , $\text{C}_{\text{дф}}$ путем нитрования и дальнейшего восстановления нитрогрупп до аминогрупп.

1.5 Композиции на основе битума

Битум – это твердый или смолоподобный продукт, представляющий собой сложную смесь углеводородов и их производных (в основном, соединений углеводородов с серой, кислородом и азотом).

Битумы имеют аморфное строение и в отличие от кристаллических тел не имеют определённой температуры плавления; стойки к водным растворам

многих кислот, щелочей, солей, но совсем не стойки к органическим растворителям (этиловый спирт, бензин, ацетон, скипидар, бензол и др.)

Битумы являются гидрофобным материалом, т.е. не смачиваются водой, имеют плотное строение, их пористость практически равна нулю, поэтому они водонепроницаемы и морозостойки. Именно эти свойства позволяют широко использовать битумы в строительстве при устройстве кровель и гидроизоляции. Благодаря своей дешевизне битум пользуется особой популярностью при проведении многих строительных работ [17].

Природный битум используется в различных отраслях промышленности, таких как производство дорожной продукции для нефтедобычи, производство покрытий и изготовление красок, но природный битум напрямую не используется в этой отрасли и обычно его добавляют к базовому материалу в виде добавочного материала. Эта комбинация может иметь различные цели, такие как улучшение физических или химических свойств, чтобы производить продукцию с большим разнообразием или с меньшими затратами. Например, битумные эмали изготавливаются из каменноугольной смолы и нефтяного битума. Природные асфальты, такие как гильсонит, иногда также используются в сочетании с нефтяными асфальтами для улучшения физических свойств [22].

Битум, полученный окислением, глубокой вакуумной перегонкой или другими методами, иногда не удовлетворяют требованиям к товарным продуктам. Производимый сегодня битум обладает низкой адгезионной активностью, что обусловлено особенностями его получения, а также свойствами исходного сырья. Этот факт приводит к интенсивному отрыву битумной пленки от поверхности твердых материалов под действием перепада температур, воды, механической нагрузки и т. д. Кроме того, битум не может быть получен с использованием какого-либо сырья. Энергосбережение (снижение температуры, сокращение времени окисления) также является основным направлением улучшения процесса.

Нефтеполимерные смолы относятся к числу добавок, которые могут быть использованы для модификации нефтяных битумов. Такие олигомерные продукты получают путем олигомеризации ненасыщенных соединений, представленных в жидких продуктах пиролиза нефтепродуктов. Фракции C_5 и C_9 пироконденсата или пиролизная тяжелая смола используются для производства НПС.

Битумы могут быть модифицированы с использованием двух методов:

- введение НПС в сырье для процесса окисления;
- введение НПС в готовый битум.

1.5.1 Битумные композиции на основе нефтеполимерных смол

Модификация битумов нефтеполимерной смолой используется в качестве альтернативы для токсичных угольных смол и эпоксидных связующих. Установлено, что выбор нефтеполимерной смолы в качестве полимерного модификатора для битумов улучшает их прочность, твердость, долговечность, химические свойства, стойкость, гибкость, адгезию к металлам и защитную способность против агрессивных веществ [23,24].

Для повышения защитных свойств битумных покрытий предлагается способ смешения нефтяного битума с модифицированными нефтеполимерными смолами [25].

В работе [26] указывается, что при добавлении в битум 7 % темной нефтеполимерной смолы возможно получать полимерно-битумные мастики с повышенными гидроизоляционными антикоррозионными свойствами. Введением в битум 1 - 3 % НПС получена композиция дорожного битума с повышенной растяжимостью, эластичностью, адгезией [28]. Однако битумы, как и нефтеполимерные смолы, не содержат в своей структуре никаких функциональных групп, что не позволяет обеспечивать образование необходимых прочных хемосорбционных комплексов с поверхностью металла.

2 Объекты и методы исследования

2.1 Характеристика исходных веществ и реактивов

В качестве исходного сырья для получения модифицированных НПС использовали следующие нефтеполимерные смолы (1-3) и химические реактивы (4-12):

1. Нефтеполимерная смола **НПС_{C5}**, полученная каталитической полимеризацией фракции C_5 под действием системы $TiCl_4 - Al(C_2H_5)_2Cl$ (производитель – ООО «Олефин», г. Томск).

2. Нефтеполимерная смола **НПС_{C5-9}**, полученная каталитической полимеризацией широкой фракции C_{5-9} под действием системы $TiCl_4 - Al(C_2H_5)_2Cl$ (производитель – ООО «Олефин», г. Томск).

3. Нефтеполимерная смола **НПС_{ДФ}**, полученная каталитической полимеризацией дициклопентадиеновой фракции с использованием системы $TiCl_4 - Al(C_2H_5)_2Cl$.

4. Нефтяной строительный битум **БН 90/10** ГОСТ 22245-90 (производитель – ООО «ЛУКОЙЛ-Нижегороднефтеоргсинтез», г. Кстово).

5. Нефтяной сольвент, бесцветная жидкость, плотность: $0,86 \text{ г/см}^3$. ГОСТ 10214 - 78.

6. Толуол – **$C_6H_5CH_3$** бесцветная горючая жидкость. $T_{\text{кип}} = 110 \text{ }^\circ\text{C}$, $d = 0,867 \text{ г/см}^3$. ГОСТ 5789-78.

7. Хлороформ **$CHCl_3$** – бесцветная жидкость, $T_{\text{кип}} = 61,2 \text{ }^\circ\text{C}$, плотность: $1,483 \text{ г/см}^3$. ГОСТ 20015-88.

8. Азотная кислота **HNO_3** – сильная одноосновная кислота, плотность: $1,391 \text{ г/см}^3$. ГОСТ 4461-77.

9. Серная кислота **H_2SO_4** – сильная двухосновная кислота. Реактивная серная кислота имеет обычно плотность $1,84 \text{ г/см}^3$ и содержит около 95 % H_2SO_4 . $T_{\text{плав}}$ моногидрата равна $10,37 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_{\text{кип}}$ равна $337 \text{ }^\circ\text{C}$, молярная масса $98,079 \text{ г/моль}$. ГОСТ 2184-2013.

10. Соляная кислота **HCl** – хлороводородная, хлористоводородная, хлористый водород, раствор хлороводорода в воде; сильная одноосновная

кислота. Максимальная концентрация при 20 °С равна 38 % по массе, плотность такого раствора 1,19 г/см³. ГОСТ 3118-77.

11. Бутанол **C₄H₉OH** – молярная масса – 74,12 г/моль, T_{пл} – минус 90,2 °С, T_{кип} – 117,4 °С.

12. Ацетон **C₃H₆O** – бесцветная летучая легковоспламеняющаяся жидкость со специфическим запахом. Молярная масса 58,08 г/моль; плотность: 0,859 г/см³; T_{кип} – 56 °С; T_{плав} – 95 °С. Данная жидкость хорошо смешивается с водой и органическими растворителями, такими как эфир, этанол, метанол.

2.2 Методы модификации нефтеполимерных смол

2.2.1 Методика получения нитрованных нефтеполимерных смол

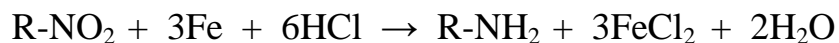
Посуда и приборы: весы аналитические, трехгорлая колба, штатив, баня водяная, электрическая плитка, электрическая мешалка, термометр, капельная воронка емкостью 100 мл, мерные цилиндры емкостью 50 мл, обратный холодильник, чашки Петри, датчик регулирования температуры.

Лабораторная установка для синтеза НПС состоит из плитки, водяной бани, трехгорлой колбы, обратного холодильника, мешалки и датчика регулирования температуры.

Нитрование НПС проводили в трёхгорлой колбе объёмом 500 мл, снабжённой механической мешалкой, капельной воронкой и обратным холодильником. Колбу помещали в водяную баню, обогреваемую электроплиткой. Загружали в колбу 15 г НПС, растворяли смолу в 79 мл хлороформа (30 %-ый раствор смолы в хлороформе). Затем в колбу медленно добавляли 10 мл 64 %-ой азотной кислоты (30 % от массы смолы) через капельную воронку при температуре 25 °С и включенной мешалке. После завершения подачи кислоты поднимали температуру до 60 °С и поддерживали температуру в течение 180 минут. По окончании нитрования реакционную массу промывали водой до нейтральной среды, после чего отгоняли от растворителя и сушили на воздухе до постоянной массы.

2.2.2 Методика получения нефтеполимерных смол с аминогруппой

Нефтеполимерные смолы с аминогруппой получали восстановлением нитрованных НПС железом в присутствии соляной кислоты по следующей реакции:



Восстановление нитрованной смолы осуществляли в трёхгорлой колбе, снабженной обратным холодильником, механической мешалкой, капельной воронкой. В соответствии с методикой [28] на 50 г смолы приходится 10 г железных опилок и 15 мл соляной кислоты. Пересчет производили на фактические 15 г НПС. Так как используется 20 % раствор смолы, растворителя понадобится:

$$15 \text{ г НПС} - 20 \%$$

$$x \text{ г растворителя} - 80 \%$$

$$m_{\text{НПС}} = 15 \text{ г};$$

$$X = m_{\text{р-ля}} = \frac{15 \cdot 80}{20} = 60 \text{ г};$$

$$m_{\text{бутанол}} = 60 \cdot 0,1 = 6 \text{ г}; V = \frac{6}{0,810} = 7,4 \text{ мл};$$

$$m_{\text{сольвент}} = 60 \cdot 0,9 = 54 \text{ г}; V = \frac{54}{0,867} = 62,3 \text{ мл};$$

$$m_{\text{стружек}} = \frac{15 \cdot 10}{50} = 3 \text{ г};$$

$$V_{\text{HCl}} = \frac{15 \cdot 15}{50} = 4,5 \text{ мл}.$$

В колбу загружали 3 г железных опилок и 75 г 20 %-ого раствора нитрованной НПС в смеси растворителей, включающих сольвент и бутиловый спирт в соотношении 9 : 1. В колбу постепенно добавляли 4,5 мл соляной кислоты при перемешивании при температуре 25 °С. После завершения подачи кислоты поднимали температуру до 60 °С и поддерживали в течение 180 минут. По окончании процесса добавляли 3 г 10 %-ого содового раствора и перемешивали в течение 20 минут до щелочной среды. Реакционную смесь переносили в делительную воронку, отделяли органический слой. Затем

органический слой промывали водой до нейтральной среды, отгоняли растворитель и сушили до постоянной массы.

2.2.3 Методика получения битумно-смоляных композиций

Отдельно готовили 40 %-ной раствор нефтеполимерной смолы (НПС, N - НПС, А-НПС) в сольвенте и 40 %-ной раствор нефтяного битума БН 90/10 в сольвенте. Битумно-смоляную композицию готовили смешением 40 %-ных растворов битума и смолы в заданных пропорциях при комнатной температуре. Приготовление 10 г раствора битумно-смоляной композиции осуществляется по рецептуре, представленной в таблице 5.

Пример приготовления битумно-смоляной композиции:

Пенициллинку устанавливают на аналитических весах и пипеточным дозатором аккуратно по каплям вносится рассчитанное количество раствора нефтеполимерной смолы, а затем раствора битума. Содержимое пенициллинки тщательно перемешивают на приборе перемешивающего устройства «Lab dancer» в течение 10 минут.

Таблица 5 – Состав битумно-смоляной композиции

Содержание смолы в композиции, %	m раствора смолы, г	m раствора битума, г
1	0,1	9,9
3	0,3	9,7
7	0,7	9,3
10	1	9
15	1,5	8,5

2.3 Приготовление лакокрасочного покрытия

Получение лакокрасочного покрытия проводили по методике, приведенной в ГОСТ 8832-76 [29]. Битумно-смоляную композицию наносили

на поверхность металлических пластин с помощью аппликатора общей длиной 50-100 мм, со щелями высотой 0,06 - 0,30 мм.

2.4 Приготовление пластинок для покрытия

В качестве металлических подложек использовали плоские металлические пластины, изготовленные из углеродистой стали Ст3 прямоугольной формы по ГОСТ 9.905-82. Для определения прочности при изгибе и температуры хрупкости использовали пластины из алюминиевой фольги толщиной 0,2 мм.

Подготовка окрашиваемой поверхности

1. Тщательно очищали окрашиваемую поверхность от жировых и других загрязнений.
2. Пластины подвергали механической обработке с помощью наждачной бумаги.
3. Пластины после механической очистки обезжиривали бензином и ацетоном, протирали мягкой хлопчатобумажной тканью, которая не оставляет на поверхности волокон, и высушивали.
4. Пластины из алюминия протирали мягкой тканью, смоченной ацетоном, затем вытирали и высушивали.
5. Чистоту пластинок проверяли, проводя по поверхности ватным тампоном. При этом тампон не должен загрязняться.
6. Очищенные пластины хранили перед окрашиванием в защищенном от пыли месте.

2.5 Методика получения покрытия

1. Покрытие для испытания получали нанесением битумно-смоляного слоя на окрашиваемую поверхность, подготовленную в соответствии с разделом 2.4.1, и последующей сушкой этого слоя.
2. Лакокрасочный материал перед нанесением на окрашиваемую поверхность тщательно размешивали.

3. Лакокрасочный материал наносили аппликатором в вентилируемом помещении при температуре $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $(65 \pm 5) \%$.

Нанесение лакокрасочного материала аппликатором

На горизонтальную поверхность положили лист бумаги. Плоскую металлическую пластинку поместили на лист бумаги так, чтобы она не сдвигалась при перемещении по ней аппликатора. Аппликатор поместили на край пластинки; высота щели при этом обеспечивали необходимую толщину слоя лакокрасочного материала.

Перед щелью налили 2 - 5 мл испытуемого материала и перемещали аппликатор по пластинке с равномерной скоростью 5 - 10 см/с, распределяя испытуемый материал непрерывным слоем на пластинке.

Избыточное количество материала слили с пластинки на бумагу, которую затем убрали. Аппликатор перемещали по пластинке с небольшим нажимом, чтобы материал не подтекал под опоры аппликатора.

2.6 Исследование технических характеристик НПС и битумно-смоляных покрытий на их основе

2.6.1 Метод определения адгезии

Адгезия (от лат. *adhaesio* – прилипание) – способность лакокрасочного покрытия к прочному сцеплению с окрашиваемой поверхностью. Адгезия обусловлена физическим и химическим взаимодействием активных групп связующего с активными центрами на поверхности подложки. Адгезию плёнки к металлу определяли методом решетчатых надрезов на приборе «Адгезиметр РН (резак)» по ГОСТ 15140-78 и ИСО 2409 [30].

Аппаратура и материалы

-Пластины из листовой стали марки 08 кп размером не менее 60х150 мм и толщиной $(0,9 \pm 0,1)$.

-Режущий инструмент: многолезвийный нож с углом заточки режущей части $20-30^\circ$ и кромкой лезвия толщиной 0,05-0,10 мм.

-Устройство для нанесения надрезов, включающее шаблон для нанесения надрезов и режущий инструмент.

-Линейка металлическая или шаблон с пазами, расположенными на расстоянии 1, 2 или 3 мм друг от друга.

-Прибор для измерения толщины покрытий с погрешностью измерения не более 10 %.

-Лупа с 4-х кратным увеличением.

Подготовка к испытанию

1. Для проведения испытания подготавливали два образца.
2. Перед определением адгезии образцы выдерживали при комнатной температуре в течение 48 ч.
3. Перед определением адгезии замеряли толщину покрытия не менее чем на трех участках поверхности испытуемого образца.
4. Перед проведением испытания проверили качество режущей кромки лезвий при помощи лупы.

Проведение испытания

Испытания проводили на двух образцах и не менее чем на трех участках поверхности каждого образца.

На каждом испытуемом участке поверхности образца на расстоянии от края не менее 10 мм делали режущим инструментом не менее шести параллельных надрезов до металла длиной не менее 20 мм. Режущий инструмент держали перпендикулярно поверхности образца. Скорость резания соблюдалась в пределах от 20 до 40 мм/с. Аналогичным образом делали надрезы в перпендикулярном направлении.

В результате на покрытии образуется решетка из квадратов одинакового размера. Решетки выполняли на расстоянии друг от друга не менее 20 мм. Контроль прорезания покрытия до металла осуществляли визуально при помощи лупы.

Обработка результатов

После нанесения надрезов для удаления отслоившихся кусочков покрытия проводили мягкой кистью по поверхности решетки в диагональном направлении по пять раз в прямом и обратном направлении.

Адгезию оценивали в соответствии с таблицей 6, используя при необходимости лупу.

Таблица 6 – Шкала оценки адгезии покрытия

Балл	Описание поверхности лакокрасочного покрытия после нанесения надрезов в виде решетки	Внешний вид покрытия
1	Края надрезов полностью гладкие, нет признаков отслаивания ни в одном квадрате решетки	
2	Незначительное отслаивание покрытия в виде мелких чешуек в местах пересечения линий решетки. Нарушение наблюдается не более, чем на 5 % поверхности решетки	
3	Частичное или полное отслаивание покрытия вдоль линий надрезов решетки или в местах их пересечения. Нарушение наблюдается не менее, чем на 5 % и не более, чем на 35 % поверхности решетки	
4	Полное отслаивание покрытия или частичное, превышающее 35 % поверхности решетки	

За результат испытания принимали значение адгезии в баллах, соответствующее большинству совпадающих значений, определенных на всех испытываемых участках поверхности двух образцов; при этом расхождение между значениями принимали не больше 1 балла.

При расхождении значений адгезии, превышающем 1 балл, испытание повторяли на том же количестве образцов и принимали среднее округленное значение, полученное по четырем образцам, за окончательный результат.

При равной повторяемости двух значений адгезию оценивали по большему значению.

2.6.2 Определение адгезии методом отрыва

Адгезию плёнки к металлу определяли методом отрыва на приборе «Адгезиметр ОР» (рис. 1) по ISO 4624, ГОСТ 32299-2013 [31].

Аппаратура и материалы

- Адгезиметр ОР;
- Пластины из листовой стали марки 08 кп размером не менее 60x150 мм и толщиной $(0,9 \pm 0,1)$.

Подготовка к испытанию

1. Для проведения испытания подготавливали два образца.
2. Перед определением адгезии образцы выдерживали при комнатной температуре в течение 48 ч.
3. Перед определением адгезии измеряли толщину покрытия не менее чем на трех участках поверхности испытуемого образца.

Проведение испытания

По окончании высушивания покрытия НПС на подложке на окрашенную поверхность приклеивали цилиндрические заготовки (грибки) при помощи клеящего вещества. После того, как клей застыл, покрытие подвергали испытанию на отрыв. На специальную опору поместили адгезиметр ОР, а под опору – подложку с приклеенным на нее грибком таким образом, чтобы этот грибок попал в захватывающий механизм прибора.

Затем выполняли вращение механизма против часовой стрелки до отрыва грибка от подложки. В момент отрыва производили снятие результатов. Усилие, требующееся на отрыв покрытия от поверхности подложки, считывали по двум шкалам прибора: вертикальной – с ценой деления 10 кг и круговой – с ценой деления – 1 кг. Диапазон измерения такого адгезиметра достигает 100 кг.



Рисунок 1 – Адгезиметр ОР

Обработка результатов

В качестве среднего значения силы отклеивания ленты для каждого испытуемого образца принимают среднеарифметическое значение всех промежуточных значений силы отклеивания, за исключением первой и последней.

Прочность при отрыве σ , МПа, рассчитывают по формуле:

$$\sigma = \frac{F}{A}, \quad (1)$$

где σ – прочность при отрыве;

F – разрывное усилие, Н;

A – площадь заготовки, мм².

2.6.3 Метод определения прочности на изгиб

Прочность покрытия на изгиб определяли на приборе ШГ-1 по ГОСТ 6806-73 [32]. Прочность при изгибе – это способность покрытия противостоять разрушению под действием механической нагрузки, характеризующаяся диаметром первого стержня, на котором первоначально произошло растрескивание и/или отслаивание покрытия от окрашиваемой поверхности. Анализ проводили на приборе «Изгиб» (рисунок 2).



Рисунок 2 - Прибор для определения прочности на изгиб

Проведение испытания

1. В станину с углублениями вставили цилиндр с наибольшим диаметром.
2. Подложку, с нанесенным покрытием, изогнули вокруг цилиндра на 180° .
3. Под лупой исследовали покрытие на наличие повреждений.
4. Если повреждений не обнаружили, заменяли цилиндр цилиндром меньшего размера.
5. Испытание повторяли до появления разрушения целостности покрытия.

Обработка результатов

Описывали результат как диаметр первого стержня, на котором произошло растрескивание и/или отслаивание от окрашиваемой поверхности. Если разрушение не произошло даже на стержне самого маленького диаметра, то этот факт также зафиксировали.

2.6.4 Метод определения прочности при ударе

Прочность покрытия на удар определяли на приборе «Константа У-1А» (рис. 3) с длиной шкалы 50 см и «ИПУ/Удар-Тестер» по ГОСТ 4765-73 [34] с длиной 100 см.

Определение прочности при ударе основано на определении максимальной высоты, при падении с которой груз определенной массой не

вызывает видимых механических повреждений на поверхности пластинки с лакокрасочным покрытием.

Аппаратура и материалы

- Прибор типа У-1А для определения прочности покрытий при ударе;
- Лупа 4-х кратного увеличения.



Рисунок 3 – Прибор для измерения прочности при ударе У-1А

Проведение испытания

Пластинку помещали на наковальню под боек покрытием вверх, следя за тем, чтобы она плотно прилегла к поверхности наковальни. Участок пластинки, на который будет падать груз, располагали на расстоянии не менее 20 мм от края пластинки и не менее 40 мм от центра других участков, ранее подвергавшихся удару.

Груз установили на высоте 10 см, затем привели прибор в действие; при этом груз свободно упал на боек, который передал удар на пластинку, лежавшую на наковальне. После удара груз подняли, пластинку вынули и рассмотрели покрытие лакокрасочного материала в лупу с целью выявления механического повреждения.

Обработка результатов

Прочность покрытия при ударе условно выражают числовым значением максимальной высоты в сантиметрах, при падении с которой груз определенной массой не наносит механических повреждений покрытию испытуемого образца.

За результат испытания принимают значение максимальной высоты, при которой получают три положительных определения испытания.

2.7 Исследование гидроизоляционных свойств битумно-смоляных покрытий

2.7.1 Определение влагопоглощаемости покрытия

Влагопоглощаемость, или набухание, лакокрасочной пленки выражали количеством влаги (в процентах), поглощенной лакокрасочным покрытием при пребывании его в воде в течение обусловленного стандартом времени и температуры в соответствии с ГОСТ 21513-76 [33].

Жестяную пластинку с нанесенным в два слоя покрытием и парафинированными краями после высыхания взвесили на аналитических весах с точностью до 0,01 г. Затем пластинку погрузили вертикально в ванну с дистиллированной водой при $20 \pm 2^\circ\text{C}$. По истечении установленного времени пластинку извлекали, высушивали между двумя листами фильтровальной бумаги и взвесили на аналитических весах.

Влагопоглощаемость вычисляют по формуле

$$X = (m_3 - m_1) \cdot 100 / (m_2 - m), \quad (2)$$

где m_3 – масса пластинки после испытаний, в г;

m_2 – масса пластинки с покрытием до погружения в воду, в г;

m_1 – масса парафинированной пластинки, в г;

m – масса чистой пластинки, в г.

2.7.2 Определение водостойкости покрытия

Каждую окрашенную металлическую пластину, погружали на 2/3 ее длины в отдельный пластиковый сосуд, заполненный дистиллированной водой при температуре 25°C .

Водостойкость покрытий оценивали временем, прошедшим от начала испытания до появления первого коррозионного очага после погружения металлических пластин с битумно-смоляным покрытием.

Состояние покрытия и металлической подложки визуально оценивали по ГОСТ 9.407-2015 [35].

2.8 Исследование антикоррозионных свойств битумно-смоляных покрытий

Антикоррозионные свойства битумно-смоляных покрытий, определяли их химической стойкостью в различных агрессивных средах: кислой и щелочной.

Исследование антикоррозионных свойств битумно-смоляных покрытий осуществляли методом погружения в 10 %-ый раствор H_2SO_4 или 10 %-ый раствор $NaOH$ по ГОСТ 9.403-80 [36] и ГОСТ 9.509-89 [37].

Битумно-смоляные покрытия, помещали в пластиковый стакан, наполненный соответствующим раствором, после чего закрывали стакан крышкой. Стакан с испытуемыми образцами выдерживали при температуре 25 °С и атмосферном давлении в темноте.

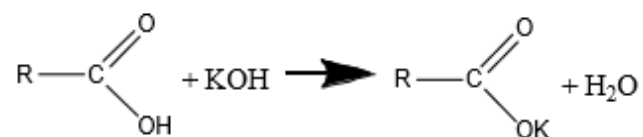
Эффективность защиты от коррозии битумно-смоляных покрытий определяли по изменению внешнего вида защитного покрытия.

Качество поверхности покрытия и металлических пластин также оценивали с помощью цифрового USB-микроскопа с 200-х кратным увеличением.

2.9 Методика определения кислотного числа

Кислотное число характеризуется содержанием карбоксильных группы в НПС, определяется числом миллиграммов гидроксида калия, необходимого для нейтрализации свободных карбоновых кислот, которые содержатся в 1 г анализируемого вещества (мг KOH / 1 г) [38].

Определяли кислотное число объёмным титрованием раствором едкого калия навески продукта, растворенного в спиртотолуольной смеси. При этом протекает реакция:



Кислотное число определяли следующим образом:

1. В две конические колбы помещали по 0,1 г исследуемого вещества.
2. В колбы приливали по 5 мл толуола, добавляли 3-4 капли индикатора.
3. Титрование проводилось 0,1 М спиртовым раствором гидроксида калия. Конец титрования определяли по изменению окраски раствора от жёлтой в кислой среде до розовой в щелочной.
4. Параллельно проводили титрование 5 мл толуола без навески анализируемого вещества (холостой опыт).

Кислотное число [мг/1 г] рассчитывают по формуле:

$$\text{КЧ} = (a - b) \cdot 0,0056 \cdot K/g, \quad (3)$$

где a – объем 0,1 М раствора КОН, пошедший на титрование анализируемого вещества, мл; b – объем 0,1 М раствора КОН, пошедший на титрование холостой пробы, мл; 0,0056 – число граммов КОН в 1 мл 0,1 М раствора КОН; K – поправка на 0,1 М раствор КОН; g – навеска анализируемого вещества, г.

Среднее значение кислотного числа рассчитывали из двух определений.

Пример расчета кислотного числа НПС_{C5}:

Таблица 7 – Определение кислотного числа

Образец	Масса навески, г	Объём КОН при холостом опыте, мл	Объём КОН при титровании исследуемого вещества, мл	КЧ	КЧ _{ср.}
---------	------------------	----------------------------------	--	----	-------------------

НПС _{C5}	0,1	0,1	0,2	5,5	5,5
НПС _{C5}	0,1		0,2	5,5	

Для правильного расчёта был вычислен поправочный коэффициент. Для этого титровали 5 мл 0,1 н раствора соляной кислоты, приготовленного из стандарт-титра, спиртовым раствором КОН.

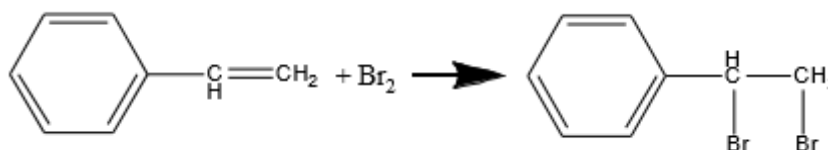
$$C_{\text{н КОН}} = \frac{(C_{\text{н}} \cdot V)_{\text{HCl}}}{V_{\text{КОН}}} = \frac{0,1 \cdot 5}{5,1} = 0,098 \text{ н};$$

$$K = \frac{C_{\text{н КОН}}}{0,1} = \frac{0,098}{0,1} = 0,98.$$

Расчёт кислотного числа:

2.10 Методика определения бромного числа

Бромное число характеризуется количеством двойных связей в НПС, определяется числом граммов брома, присоединившегося к 100 г исследуемого вещества (г Br₂ / 100 г) [38]. Оно характеризует содержание в нем непредельных соединений:

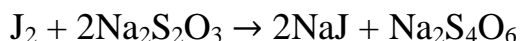
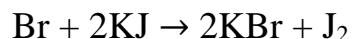


Бромное число определяли следующим образом:

1. В две конические колбы помещали по 0,1 г исследуемого вещества.
2. В колбы с добавляли смесь растворителей (5 мл ацетона и 1 мл толуола). После растворения смолы в растворителе, колбы охлаждали в ледяной бане до 5 °С.
3. Добавляли 4 мл 0,05 М раствора брома в ледяной уксусной кислоте. Колбы охлаждали в ледяной бане до 5 °С в тёмном месте.
4. В каждую колбу добавляли 7 мл 10%-ного раствора KI.
5. Выделившийся йод сразу титровали 0,1 М раствором тиосульфата натрия.

6. После того, как содержимое колбы приобрело более светлый оттенок (когда жёлтая окраска йода начнет ослабевать), добавляли 2 мл раствора крахмала.

7. Титрование продолжали до изменения окраски:



Во время титрования содержимое колб энергично взбалтывают для лучшего контакта йода с водным раствором тиосульфата натрия.

Параллельно проводили холостой опыт. В колбу наливали смесь растворителей (5 мл ацетона и 1 мл толуола), 4 мл раствора брома в ледяной уксусной кислоте, 7 мл иодида калия и титровали.

Бромное число (БЧ, г Br_2 /100 г) определили по формуле:

$$\text{БЧ} = (a - b) \cdot 0,008 \cdot K \cdot 100/g, \quad (4)$$

где a - объем 0,1 М раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедший на титрование в холостом опыте, мл; b - объем 0,1 М раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедший на титрование навески исследуемой смеси, мл; 0,008 - число граммов брома, соответствующее 1 мл 0,1 М раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; K - поправка на 0,1 М раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; g - навеска анализируемого вещества, г.

Среднее значение бромного числа рассчитывали из двух определений.

Пример расчета кислотного числа $\text{НПС}_{\text{C5-9}}$:

Таблица 8 – Определение бромного числа

Образец	Масса навески, г	Объём $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ при холостом опыте, мл	Объём $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ при титровании исследуемого вещества, мл	Br_2 , мл	БЧ	БЧ _{ср.}
НПС_{C5}	0,1	2,5	3,0	4	56,0	56,4
НПС_{C5}	0,1		2,9	4	56,8	

Расчёт бромного числа:

2.11 Исследование структуры с помощью ИК-спектроскопии

Обычно для установления строения органических соединений совершенно необходимо применение ИК- или ЯМР-спектроскопии. Анализ ИК-спектров является превосходным методом определения функциональных групп. Его можно применять параллельно с проведением химических реакций на те или иные функциональные группы. Такое совместное применение ИК-спектроскопии и химических реакций в ряде случаев действительно может привести к установлению строения изучаемого вещества.

По числу и положению пиков в ИК-спектрах поглощения можно судить о природе вещества (качественный анализ), а по интенсивности полос поглощения – о количестве вещества (количественный анализ). Основные приборы – различного типа инфракрасные спектрометры.

При записи спектра на оси абсцисс откладывается в линейной шкале значение волновых чисел ν ($1/\lambda$) в см⁻¹ или мкм, на оси ординат – величина пропускания (в %). Поэтому максимумы пиков, которые отвечают наибольшему поглощению ИК-излучения, обращены вниз.

При помощи современных спектрометров возможно регистрировать ИК-спектры газообразных, жидких и твердых образцов. Для получения ИК-спектра органического или природного соединения необходимо всего от 1 до 10 мг вещества.

Если проводится регистрация ИК-спектров соединений в растворах или суспензиях, то необходимо вычитать значения полос поглощения растворителей или суспензирующей среды. Образцы исследовали на спектрометре Nicolet 5700 в таблетках KBr.

2.12 Определение молекулярной массы

Одним из широко используемых методов определения молекулярной массы полимеров является определение криоскопическим методом, в его основе лежит закон Рауля [39]. В соответствии с законом Рауля связь между среднечисловой молекулярной массой полимера и понижением температуры

замерзания, при которой активность растворителя в растворе полимера близка к активности чистого растворителя при температуре его плавления.

На основании измерений ΔT при нескольких концентрациях раствора полимера определяют отношение $\Delta T/c$ и строят графическую зависимость этой величины от концентрации полимера. Экстраполяцией получают значение $\Delta T/c$ при нулевой концентрации раствора и рассчитывают молекулярную массу по формуле:

$$\overline{M}_n = \frac{K \cdot 1000}{\left(\frac{\Delta T}{c}\right)} \quad (5)$$

где K - криоскопическая константа.

Исследование проводилось в растворе бензола ($K = 5,12$) [40].

Пример расчета молекулярной массы НПСС₅ (данные приведены в таблице 9):

Таблица 9 – Результаты исследования

№	Навеска НПСС ₅	Концентрация раствора, %	Температура кристаллизации, °C	Температура кристаллизации растворителя, °C	Температурная депрессия, °C
1	0,025	0,5	3,88	5,46	1,58
2	0,05	1	3,18		2,28
3	0,075	1,5	2,41		3,05
4	0,1	2	2,21		3,25

Согласно рисунку 4, $\Delta T/c=1,28$; тогда:

$$M_n = \frac{K \cdot 1000}{\frac{\Delta T}{c}} = \frac{5,12 \cdot 1000}{1,28} = 4000.$$

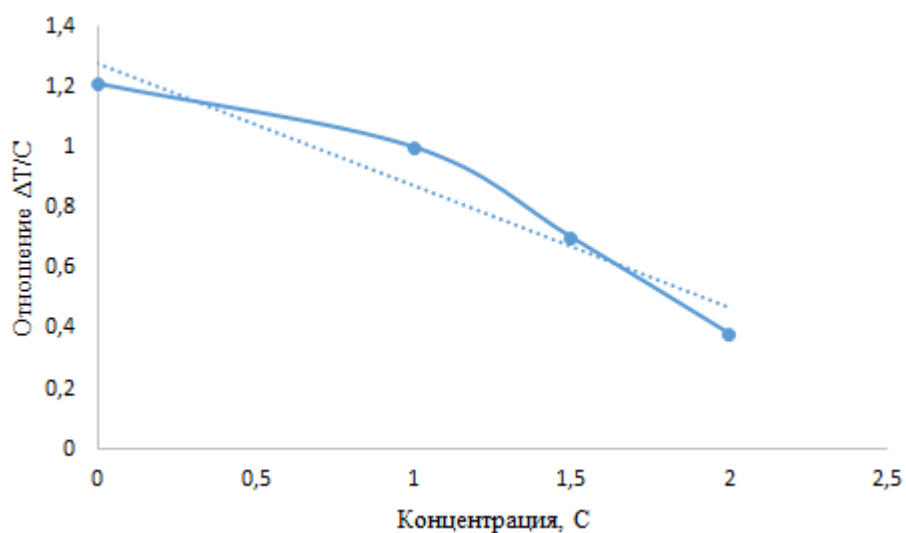


Рисунок 4 – Зависимость отношения $\Delta T/C$ от концентрации C

Пример расчета молекулярной массы $\text{НПС}_{\text{C5-9}}$ (данные приведены в таблице 10):

Таблица 10 – Результаты исследования

№	Навеска НПС_{C5}	Концентрация раствора, %	Температура кристаллизации, °C	Температура кристаллизации растворителя, °C	Температурная депрессия, °C
1	0,025	1	4,80	5,46	0,66
2	0,05	1,5	4,76		0,7
3	0,075	2	4,46		1
4	0,1	2,5	4,25		1,21

Согласно рисунку 5, $\Delta T/c = 0,7$; тогда:

$$M_n = \frac{K \cdot 1000}{\frac{\Delta T}{C}} = \frac{5,12 \cdot 1000}{0,7} = 7314 \approx 7300$$

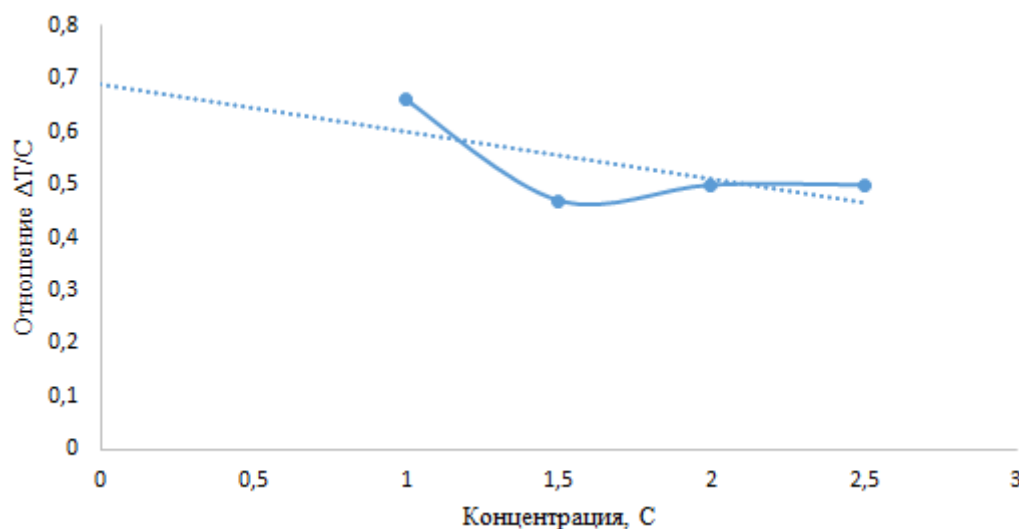


Рисунок 5 – Зависимость отношения $\Delta T/C$ от концентрации C

2.13 Исследование защитных свойств битумно-смоляных покрытий электрохимическим методом

Большинство коррозионных разрушений металлов происходит по электрохимическому механизму. Электрохимический процесс включает в себя растворение металла в растворе среды в виде гидратированных ионов (анодный) и переход ионов среды из раствора на поверхность металла с последующим восстановлением (катодный). О защитных свойствах изоляционных покрытий можно судить по скорости катодного процесса.

Электрохимический метод исследования коррозии металлов основан на получении поляризационных кривых, отражающих зависимость значения плотности тока от продолжительности испытания.

Снятие поляризационных кривых проводили с помощью потенциостата, схема которого, собранная по ГОСТ 9.506-87, представлена на рисунке 6. В электрохимическую ячейку размещали исследуемый электрод (ИЭ) – металлическую подложку с битумным покрытием, хлорсеребряный электрод сравнения (ЭС) и графитовый вспомогательный электрод. Измерение потенциала исследуемых окрашенных металлических образцов по отношению к электроду сравнения осуществляли при помощи вольтметра (mV).

Изменение тока в электрической цепи измеряли с использованием амперметра (mA).

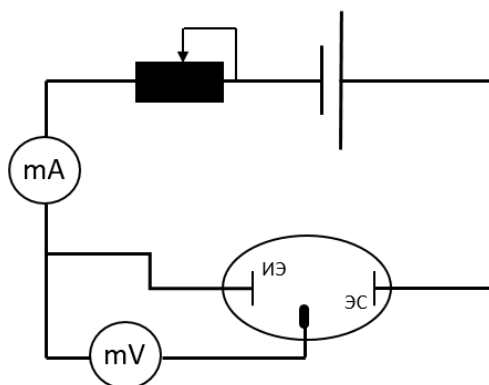


Рисунок 6 – Схема установки для потенциостатических измерений

В работе [28] разработана установка для электрохимического исследования защитных свойств битумно-смоляных покрытий, которая представлена на рис. 7.

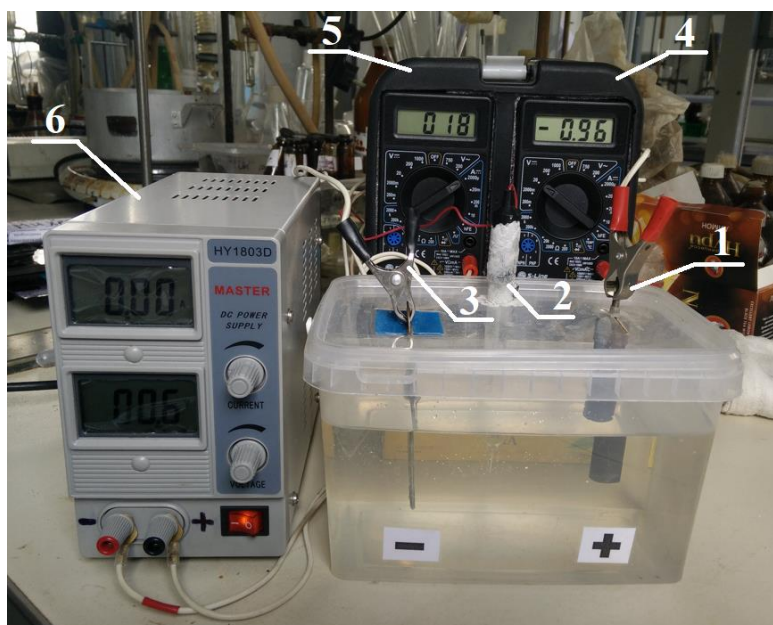


Рисунок 7 – Установка для электрохимического исследования покрытий
(1–графитовый электрод, 2 – хлорсеребряный электрод сравнения,
3 – рабочий электрод (пластины с БСП), 4 – вольтметр, 5 – амперметр,
6 – источник тока)

В качестве электролита использовали 10 %-ый раствор H_2SO_4 .

Пластины с нанесенным с двух сторон смоляным покрытием, защищенные по краям парафином, закрепляли в держателе рабочего электрода. Фиксировали ток, проходящий через исследуемый образец, при поддержке постоянного потенциала - 2,5 В в течение 15 дней.

Методика снятия поляризационных кривых на установке для электрохимического исследования покрытий:

- 1) подготовить окрашенные смоляные покрытия с двух сторон и защищенные по краям парафином.
- 2) закрепить окрашенные пластины в держатель рабочего электрода;
- 3) подсоединить прибор к электрической цепи и включить его с помощью выключателя;
- 4) установить переключатель амперметра на область измерения тока (максимальный ток 2000 мкА);
- 5) установить переключатель вольтметра на область измерения напряжения (максимальный потенциал 10 В);
- 6) записать стационарный потенциал (потенциал при отсутствии тока) с помощью вольтметра;
- 7) установить регулятор источника тока на значении 2,5 В;
- 8) зафиксировать изменения тока и потенциала на приборе амперметра и вольтметра в определенный период времени испытания. Исследование проводится в течение 15 суток [28].

3 Обсуждение результатов

4. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

В настоящее время перспективность научного исследования оценить на первых этапах жизненного цикла достаточно трудно. Оценка коммерческого потенциала разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов. Коммерческая привлекательность научного исследования – модифицирование нефтеполимерных смол и использования их в качестве компонентов битумно-смоляных композиций – определяется не только превышением технических параметров над предыдущими методами, но и тем, насколько быстро возможно найти ответы на такие вопросы – будет ли продукт востребован рынком, какова будет его цена, чтобы удовлетворить потребителя, каков бюджет научного проекта, сколько времени потребуется для выхода на рынок и т.д.

Цель раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» – определение перспективности и успешности научно-исследовательского проекта, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе реализации.

4.1 Предпроектный анализ

Чаще всего основной акцент ставится на этап разработки проекта. Основной задачей этого раздела является выявление и разработка наиболее эффективных проектных решений.

4.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Продукты, получаемые в ходе научно-исследовательской работы, нитрованные и содержащие аминокгруппы нефтеполимерные смолы и композиционные материалы на их основе. К потенциальным потребителям могут относиться химические и нефтехимические компании, нефтеперерабатывающие заводы. Композиции на основе битума и

модифицированных нефтеполимерные смол, получение и свойства которых исследуются в работе, могут быть использованы в качестве защитного покрытия трубопроводов и промышленного оборудования для предотвращения образования коррозии.

4.1.2 Диаграмма Исикавы

Диаграмма причины-следствия Исикавы (Cause-and-Effect-Diagram) – это графический метод анализа и формирования причинно-следственных связей, инструментальное средство для систематического определения причин проблемы и последующего графического представления.

Область применения диаграммы:

- выявление причин возникновения проблемы;
- анализ и структурирование процессов на предприятии;
- оценка причинно-следственных связей.

Сначала формулируется существенная проблема или дефект качества.

Главные категории потенциальных причин – это оборудование, материалы, человек, процессы, менеджмент, измерительные средства и т.д. Для каждой главной категории на диаграмму наносятся все вероятные причины проблемы. Диаграмма Исикавы представлена на рисунке 26.

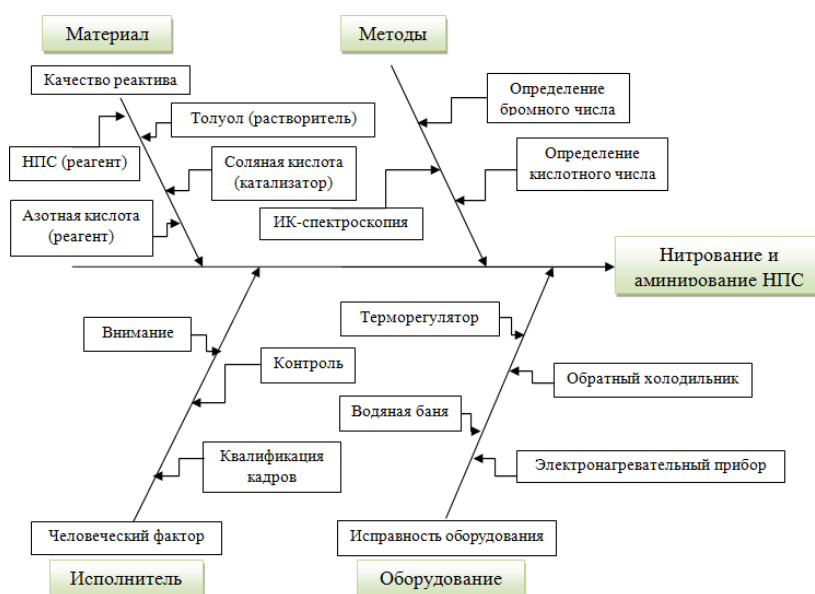


Рисунок 26 – Диаграмма Исикавы

4.1.3 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Оценку проводят с целью получения выводов об объемах инвестирования в текущую разработку и выяснения направления ее дальнейшего улучшения; об уровне компетенций недостающих разработчику и возможности привлечения требуемых специалистов в команду проекта.

На каждой стадии жизненного цикла научной разработки полезно оценить степень ее готовности к коммерциализации и выяснить уровень собственных знаний для ее проведения (или завершения). С этой целью была заполнена специальная форма, содержащая показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенции разработчика научного проекта. Перечень вопросов приведен в таблице 17.

При проведении анализа по таблице, приведенной выше, по каждому показателю ставится оценка по пятибалльной шкале. При этом система измерения по каждому направлению (степень проработанности научного проекта, уровень имеющихся знаний у разработчика) отличается. Так, при оценке степени проработанности научного проекта 1 балл означает не проработанность проекта, 2 балла – слабую проработанность, 3 балла – выполнено, но в качестве не уверен, 4 балла – выполнено качественно, 5 баллов – имеется положительное заключение независимого эксперта. Для оценки уровня имеющихся знаний у разработчика система баллов принимает следующий вид: 1 означает не знаком или мало знаю, 2 – в объеме теоретических знаний, 3 – знаю теорию и практические примеры применения, 4 – знаю теорию и самостоятельно выполняю, 5 – знаю теорию, выполняю и могу консультировать.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. Уровень имеющихся знаний у разработчика является средним (43 балла), а перспективность самого проекта выше среднего (46 баллов).

Таблица 17 – Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
1.	Определен имеющийся научно-технический задел	4	4
2.	Определены перспективные направления коммерциализации научно-технического задела	4	3
3.	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	4	4
4.	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	4	3
5.	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	4	4
6.	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	3	3
7.	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	3	3
8.	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	2
9.	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	3	3
10.	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	4	4
11.	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	2	2
12.	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	1	1
13.	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	3	2
14.	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	2	2
15.	Проработан механизм реализации научного проекта	3	3
	ИТОГО БАЛЛОВ	46	43

Таким образом, необходимо дополнительно проработать вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот, а также международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок.

4.1.4 Методы коммерциализации результатов научно- технического исследования

Методом коммерциализации научных разработок был выбран метод торговли патентными лицензиями, с помощью которых будет достигнута передача третьим лицам интеллектуальной собственности на лицензионной основе. Также возможна организация совместного предприятия «университет – производство», когда идеи первого реализуются ресурсами второго.

4.2 Инициация проекта

Заинтересованные стороны проекта – лица или организации, которые активно участвуют в проекте или интересы которых могут быть затронуты как положительно, так и отрицательно в ходе исполнения или в результате завершения проекта. Это могут быть заказчики, спонсоры, общественность и т.п. Информация по заинтересованным сторонам представлена в таблице 18.

Таблица 18 – Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Разработчик проекта	Разработка технологии получения и исследование свойств новых материалов
Химические и нефтехимические производства	Усовершенствование существующей технологии

продолжение таблицы 18

Национальный исследовательский Томский политехнический университет	Получение новых материалов, новых технологий; теоретическая и практическая значимость проекта
--	---

В таблице 19 представлена информация о иерархии целей проекта и критериях их достижения.

Таблица 19 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Получение и исследование свойств, нефтеполимерных смол с нитро- и аминогруппами; Получение битумно-смоляных композиций на основе модифицированных нефтеполимерных смол
Ожидаемые результаты проекта:	Выбор оптимальных условий модификации нефтеполимерных смол для получения материалов с высокими техническими характеристиками; Целесообразность использования полученных модифицированных НПС в качестве компонентов битумно-смоляных композиций
Критерии приемки результата проекта:	Определение физико-механических показателей покрытий на основе битумно-смоляных композиций путем испытания их на прочность при ударе, прочность на изгиб, твердость, адгезию, водопоглощаемость, щелочестойкость и кислотостойкость
Требования к результату проекта:	Требование:
	Целевой продукт соответствует требованиям ГОСТ
	Модифицированные нефтеполимерные смолы превосходят по свойствам исходные
	Композиции на основе битума и модифицированных НПС обладают удовлетворительной коррозионной стойкостью и другими техническими характеристиками

4.2.1 Организационная структура проекта

В ходе реализации научного проекта, помимо магистранта, задействован также руководитель проекта, который отвечает за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирует деятельность магистранта. В данном случае эту роль выполняет руководитель магистерской диссертации. Экспертами выступают консультанты. Участники рабочей группы, их функции и трудозатраты приведены в таблице 20.

Таблица 20 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудозатраты, час.
1	Бондалетова Л.И., НИ ТПУ ИШПР, доцент ОХИ, к.х.н.	Руководитель магистерской диссертации	Отвечает за реализацию проекта в пределах заданных ограничений по ресурсам, координирует деятельность участников проекта.	100
2	Криницына З.В., НИ ТПУ, доцент ОСГН, к.т.н	Эксперт	Консультирование по выполнению раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	4
3	Немцова О.А., НИ ТПУ, отделение общетехнических дисциплин, ассистент	Эксперт	Консультирование по выполнению раздела «Социальная ответственность»	4
4	Нгуен Ван Тхань, НИ ТПУ ИШПР, к.т.н.	Ассистент	Консультирование по выполнению ВКР	4
5	Хаялиева Л.Р., НИ ТПУ ИШПР магистрант ОХИ	Исполнитель	Выполнение ВКР	792
ИТОГО:				904

4.2.2 Ограничения и допущения проекта

Ограничения проекта – это все факторы, которые могут послужить ограничением степени свободы участников команды проекта, а также «границы проекта» - параметры проекта или его продукта, которые не будут реализованы в рамках данного проекта.

Таблица 21 – Ограничения проекта

Факторы	Ограничения/допущения
Бюджет проекта	-
Источник финансирования	НИ ТПУ ОХИ
Сроки проекта:	17 месяцев
Дата утверждения плана управления проектом	15.09.2018
Дата завершения проекта	1.06.2019

4.3 Планирование управления научно-техническим проектом

Группа процессов планирования состоит из процессов, осуществляемых для определения общего содержания работ, уточнения целей и разработки последовательности действий, требуемых для достижения поставленных целей.

4.3.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. Иерархическая структура работ представляет собой совокупность элементов, выполненных в удобной графической форме. Графическое представление имеет ряд преимуществ перед списочным составом задач или работ. За счет наглядности ИСР и коллегиального труда над ее созданием достигается большая вовлеченность и мотивация команды, уровень коммуникаций повышается, улучшается мониторинг операций и их контроль. Кроме того, визуальная форма позволяет охватить всю архитектуру проекта одним взглядом.



Рисунок 27 – Иерархическая структура работ по проекту

4.3.2 Контрольные события проекта

Таблица 22 – Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Защита научно-исследовательской работы в семестре	25.12.2017	Зачтено
2	Защита производственной практики	23.10.2018	«Отлично»
3	Защита научно-исследовательской работы в семестре	05.06.2018	Зачтено
4	Защита научно-исследовательской работы в семестре	25.12.2018	Зачтено
5	Защита научно-исследовательской практики	19.03.2019	Зачтено

продолжение таблицы 22

6	Участие в научной конференции имени академика Усова	04.04.2018	Сертификат об участии, диплом
7	Участие в научно-практической конференции «Химия и химическая технология в XXI веке» имени профессора Л.П. Кулёва	22.05.2018	Сертификат об участии, диплом
8	Защита преддипломной практики	27.05.2019	«Отлично»
9	Защита ВКР	18.06.2018	-

4.3.3 План проекта

В качестве метода планирования выбираем линейный график (таблица 23), поскольку данная работа характеризуется сравнительно небольшим количеством этапов и исполнителей.

Таблица 23 – Календарный план проекта








Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников (ФИО исполнителей)
Составление технического задания	30	1.09.17	30.09.17	Бондалетова Людмила Ивановна
Изучение литературы, составление литературного обзора	92	1.10.17	31.12.17	Хаялиева Лилия Равильевна
Патентный поиск	15	1.01.18	15.01.18	Хаялиева Лилия Равильевна
Выполнение экспериментальной части	166 222	16.01.18 1.09.18	30.06.18 10.04.19	Хаялиева Лилия Равильевна

продолжение таблицы 23

Обсуждение полученных результатов	10	11.04.19	20.04.19	Бондалетова Людмила Иванвна, Хаялиева Лилия Равильевна
Оформление выводов	14	21.04.19	4.05.19	Хаялиева Лилия Равильевна
Оформление пояснительной записки	37	5.05.19	10.06.19	Хаялиева Лилия Равильевна
ИТОГО:	586	1.09.17	10.06.19	

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм, который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. Для данного проекта диаграмма Ганта представлена в таблице 24.

Таблица 24 – Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работы	$T_{кi}$, дней	Продолжительность выполнения работ																							
		2017 год				2018 год												2019 год							
		сентябрь	октябрь	ноябрь	декабрь	январь	февраль	март	апрель	май	июнь	июль	август	сентябрь	октябрь	ноябрь	декабрь	январь	февраль	март	апрель	май	июнь		
Составление технического задания	30																								
Изучение литературы, составление литературного обзора	92																								
Патентный поиск	15																								
Выполнение эксперимен- тальной части	388																								
Обсуждение полученных результатов	10																								
Оформление выводов	14																								
Оформление пояснительной записки	37																								



- Магистрант



- Руководитель

4.3.4 Бюджет научного исследования

Планируемые затраты группируются по статьям, представленным в таблице 25. В эту статью включаются затраты на приобретение всех видов материалов, комплектующих изделий и полуфабрикатов. Количество потребных материальных ценностей определяется по нормам расхода.

Таблица 25 – Группировка затрат по статьям

Вид работ	Сырье, материалы, полуфабрикаты	Оборудование для экспериментальных работ
Модификация нефтеполимерной смолы	Нефтеполимерная смола, азотная кислота, серная кислота, бутанол, хлороформ, нефтяной сольвент, соляная кислота, пищевая сода, о-ксилол	Лабораторный реактор с обратным холодильником и механической мешалкой, трехгорлая колба, терморегулятор, капельная воронка, электроплита одноконфорочная, делительная воронка
Анализ нефтеполимерных смол на основе нитро- и аминогрупп (N-НПС, А-НПС)	Толуол, бром, иодид калия, тиосульфат натрия, гидроксид калия, соляная кислота	Микробюретка, пипетки, груша, мерные стаканы и цилиндры, стеклянные колбы, ступка с пестиком, стеклянные палочки, аналитические весы
Получение битумно-смоляных композиций	Битум, полученная N-НПС и А-НПС, толуол, о-ксилол	Шприцы, стеклянные стаканы, пробирки, металлические подложки, скальпель, аппликатор

Расчет стоимости материальных затрат производился по действующим прейскурантам или договорным ценам. В стоимость материальных затрат включены транспортно-заготовительные расходы (4 % от цены). Сюда же

включены затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов). Результаты по данной статье представлены в таблице 26.

Таблица 26 – Затраты на сырье, материалы, полуфабрикаты

Наименование	Единица измерения	Количество	Цена за единицу с НДС, руб.	Сумма, руб.
НПС	кг	1	45	45
Азотная кислота (концентрированная)	л	1	189	189
Серная кислота (концентрированная)	л	1	132	132
Хлороформ	л	1	341	341
Бутанол	кг	1	255	255
Нефтяной сольвент	л	1	100	100
О-ксилол	л	1	324	324
Соляная кислота (концентрированная)	л	1	88	88
Пищевая сода	кг	0,5	32	32
Толуол	л	1	232	232
Иодид калия	кг	1	18	18
Бром	л	1	180	180
Тиосульфат натрия	кг	1	32	32
Гидроксид калия	кг	1	110	110
Фенолфталеин	кг	0,1	200	200
Битум	кг	1	13	13
Всего за материалы				2291
Транспортно-заготовительные расходы (4%)				91,6
Итого:				2382,6

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включены все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по теме диссертации. Результаты по данной статье представлены в таблице 27.

Таблица 27 – Затраты на оборудование

Наименование	Единица измерения	Кол-во	Цена за единицу с НДС, руб.	Сумма, руб.
Колба трехгорлая, 500 мл	шт	1	575	575
Обратный холодильник	шт	1	616	616
Цилиндр мерный стеклянный, 1000 мл	шт	1	363	363
Колба коническая, 250 мл	шт	1	132	132
Колба коническая, 500 мл	шт	1	300	300
Делительная воронка, 500 мл	шт	1	690	690
Капельная воронка, 100 мл	шт	1	1002	1002
Стакан стеклянный, 1000 мл	шт	1	170	170
Стакан стеклянный, 100 мл	шт	10	76	760
Пипетка, 1 мл	шт	1	15	15
Пипетка, 5 мл	шт	2	40	80
Пипетка, 10 мл	шт	2	45	90
Груша	шт	1	25	25
Пробирка плоскодонная, 10 мл	Упаковка (100 шт)	1	180	180
Ступка с пестиком	шт	1	400	400
Скальпель	шт	1	60	60
Палочка стеклянная	шт	2	10	20
Термометр ртутный, 0–250 °С	шт	1	520	520
Электроплита	шт	1	700	700
Механическая мешалка	шт	1	6450	6450
Терморегулятор	шт	1	5290	5290
Весы аналитические	шт	1	62270 (амортизационные отчисления = 648,65)	62918,65
Штатив	шт	1	1000	1000
Шприц, 1мл	шт	10	2	20

продолжение таблицы 27

Шприц, 5 мл	шт	10	4	40
Перчатки химические	пара	10	8	80
Индикаторная бумага	шт	1	212	212
Халат	шт	1	610	610
Всего за материалы и оборудование				82670
Транспортно-заготовительные расходы (4%)				3332,75
Итого:				86651,4

Основная заработная плата

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату.

$$C_{\text{зп}} = Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}} \quad (6)$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата;

$Z_{\text{доп}}$ – дополнительная заработная плата.

Основная заработная плата ($Z_{\text{осн}}$) руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{раб}}, \quad (7)$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{\text{р}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$Z_{\text{дн}}$ –среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}} \quad (8)$$

$$Z_{\text{дн}} = 33664 \cdot 10,4 / 241 = 1452,7 \text{ руб},$$

$$Z_{\text{дн}} = 20000 \cdot 11,2 / 265 = 845,3 \text{ руб},$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 24 раб.дня $M=11,2$ месяца, 5-дневная неделя;

при отпуске в 48 раб.дней $M=10,4$ месяца, 6-дневная неделя;

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб.дн. (таблица 28).

Таблица 28 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
- выходные дни	44	48
- праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени		
- отпуск	56	28
- невыходы по болезни	10	10
Действительный годовой фонд рабочего времени	241	265

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_b \cdot (k_{пр} + k_d) \cdot k_p \quad (9)$$

$$Z_m = 33\,664 \cdot (1 + 0,14) \cdot 1,3 = 49\,890,05 \text{ руб.},$$

$$Z_m = 20\,000 \cdot (1 + 0) \cdot 1,3 = 26\,000 \text{ руб.},$$

где Z_b – базовый оклад, руб.;

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, (определяется Положением об оплате труда);

k_d – коэффициент доплат и надбавок (в НИИ и на промышленных предприятиях – за расширение сфер обслуживания, за профессиональное мастерство, за вредные условия: определяется Положением об оплате труда);

k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Таблица 29 – Расчёт основной заработной платы

Исполнители	З _б , руб.	k _р	З _м , руб	З _{дн} , руб.	T _р , раб.дн.	З _{осн} , руб.
Руководитель	33 664	1,3	49 890	1 452,7	482	700 201,4
Инженер	20 000	1,3	26 000	845,3	530	448 009
Итого:						1 148 210,4

Дополнительная заработная плата рассчитывается исходя из 10-15 % от основной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы:

$$Z_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot Z_{\text{осн}} \quad (10)$$

$$Z_{\text{доп}} = 0,1 * 700 \cdot 201,4 = 70\,020,14 \text{ руб.}$$

где Z_{доп} – дополнительная заработная плата, руб.;

k_{доп} – коэффициент дополнительной зарплаты;

Z_{осн} – основная заработная плата, руб.

В таблице приведена форма расчёта основной и дополнительной заработной платы.

Таблица 30 – Заработная плата исполнителей НТИ

Заработная плата	Руководитель	Инженер
Основная зарплата	700 201,4	448 009
Дополнительная зарплата	70 020,14	—
Итого:	770 221,54	

Отчисления на социальные нужды

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$C_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}), \quad (11)$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды равный 27,1 %.

Результаты расчетов по данной статье представлены в таблице 31.

Таблица 31 – Отчисления на социальные нужды

	Руководитель	Инженер
Зарплата	770 221,54	448 009
Отчисления на социальные нужды	208 730,03	–
Итого:	978 951,57	

Накладные расходы

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. В расчетах эти расходы принимаются в размере 70 - 90 % от суммы основной заработной платы научно-производственного персонала данной научно-технической организации.

Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы.

Расчет накладных расходов ведется по следующей формуле:

$$C_{накл} = k_{накл} \cdot (З_{осн} + З_{доп}), \quad (12)$$

где $k_{накл}$ – коэффициент накладных расходов равный 0,8.

В таблице представлена группировка по всем статьям бюджета проекта, описанным выше.

Таблица 32 – Группировка затрат по статьям

Вид работ	Статьи						
	Сырье, материал, покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Дополнительная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Накладные расходы	Итого плановая себестоимость
1.	2382,6	86651,4	700 201,4	70 020,14	208 730,03	616 177,23	1 684 162,7

4.3.5 Матрица ответственности

Для распределения ответственности между участниками проекта формируется матрица ответственности (таблица 33)

Таблица 33 – Матрица ответственности

Этапы проекта	Роль/должность	Роль/должность
Модификация нефтеполимерных смол	(И) /магистрант	-
Приготовление композиций	(И) /магистрант	-
Проведение испытаний на приборах	(И) /магистрант	-
Анализ полученных данных	(И) /магистрант	(О) / К.х.н., доцент ОХИ
Оформление отчета	(И) /магистрант	(О) / К.х.н., доцент ОХИ

Степень участия в проекте может характеризоваться следующим образом:

Ответственный (О)– лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход.

Исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта.

4.3.6 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты. Информацию по данному разделу необходимо свести в таблицу 34.

Таблица 34 – Реестр рисков

№	Риск	Потенциальное воздействие	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска*	Способы смягчения риска	Условия наступления
1	Отсутствие финансирования		4	4	Высокий	Заинтересовать инвесторов	Незаинтересованность в данной разработке
2	Плохая смола	Выбор	3	5	Средний	Подбор эффективной смолы	Плохой показатель
3	Сбой приборов	Старение	2	4	Низкий	Поверка, ремонт	Неверные данные
4	Композиции	Способ приготовления	2	5	Низкий	Правильная технология	Неправильная концентрация

Примечание: Уровень риска может быть: высокий, средний или низкий в зависимости от вероятности наступления и степени влияния риска. Риски с наибольшей вероятностью наступления и высокой степенью влияния будут иметь высокий уровень, риски же с наименьшей вероятностью наступления и низкой степенью влияния соответственно низкий уровень.

Возможные риски проекта приведены на рисунке 28.



Рисунок 28 – Иерархическая структура рисков

4.3.7 План управления контрактами и поставками

Этот план формируется в случае необходимости заключения контрактов для осуществления поставок или работ по проекту. Данные по этому разделу сводятся в таблицу 35.

Таблица 35 – Требования к объектам контрактов

№	Объект контракта (продукт/услуга)	Требования к продукту/услуге	Требования к срокам поставки	Требования к поставщику/подрядчику
1.	НПС	Не допускать нагревания выше 40 °С	Не более 14 дней	Мешки из бумаги и полипропилена, перевозка в крытом вагоне
2	Азотная кислота	Плотно закрыт от утечек	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла
3	Серная кислота	Герметичная упаковка	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла
4	Соляная кислота	Герметичная упаковка	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла
5	Хлороформ	Герметичная упаковка	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла
6	Бутанол	Герметичная упаковка	Не более 3 дней	Беречь от попадания прямых солнечных лучей
7	Нефтяной сольвент	Герметичная упаковка, не нагревать до 25°С	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла, перевозка в деревянных ящиках с прокладкой из гофрированного картона
8	Толуол	Герметичная упаковка	Не более 3 дней	Бутылки из темного стекла
9	Пищевая сода	Рассыпчатый	Не более 14 дней	Не допускать попадания влаги
10	Битум	Нагрев перед самой отгрузкой	Не более 7 дней	Перевозка в легкоудаляемой пластмассовой таре

Таблица 36 – План закупок проекта

№	Закупаемые материалы/услуги	Количество	Поставщик
1	НПС	1 кг	ООО ВитаХим Сибирь
2	Азотная кислота	1 л	ООО Полимер
3	Серная кислота	1 л	ООО Полимер
4	Соляная кислота	1 л	ООО Полимер
5	Хлороформ	1 л	Химмедснаб
6	Бутанол	1 кг	Химмедснаб
7	Нефтяной сольвент	1 л	Химмедснаб
8	Толуол	1 л	Химмедснаб
9	Битум	1 кг	Строй-групп

4.4 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

4.4.1 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Таблица 37 – Группировка затрат (в рублях) по статьям аналогов разработки

Вариант исполнения аналога №	Сырье, материалы (за вычетом возвратных отходов), покупные изделия и полуфабрикаты	Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Основная заработная плата	Отчисления на социальные нужды	Накладные расходы	Итого плановая себ-ть
1	205800	1603840,2	175115,60	49875,32	15360,37	2049991,2

Рассчитаем значения интегрального финансового показателя для всех вариантов исполнения научного исследования:

$$I_{\Phi}^P = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}} = \frac{1\,684\,162,7}{2049991,2} = 0,8$$

$$I_{\Phi}^a = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}} = \frac{2049991,2}{2049991,2} = 1$$

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное удешевление стоимости разработки в разы, то есть наша разработка обладает наименьшей стоимостью по сравнению с аналогами.

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования определяют следующим образом:

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, \quad I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p \quad (13)$$

где I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов;

a_i – весовой коэффициент i -го параметра;

b_i^a, b_i^p – балльная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

b_i^a, b_i^p – балльная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Результат расчетов представим в виде таблицы:

Таблица 38 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1
1. Эксплуатационные характеристики	0,5	5	4
2. Надежность	0,3	5	5
3. Безопасность	0,2	5	5
ИТОГО	1	5	4,5

$$I_m^p = 5*0,5+5*0,3+5*0,2 = 5$$

$$I_1^A = 4*0,5+5*0,3+5*0,2 = 4,5$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{финр}^p$) и аналога ($I_{финр}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p}, I_{финр}^a = \frac{I_m^a}{I_\phi^a} \quad (14)$$

$$I_{финр}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p} = \frac{5}{0,8} = 6,25$$

$$I_{финр}^{a1} = \frac{I_m^p}{I_\phi^p} = \frac{4,5}{1,0} = 4,5$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта.

Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{cp} = \frac{I_{финр}^p}{I_{финр}^{a1}} = \frac{6,25}{4,5} = 1,4$$

где \mathcal{E}_{cp} – сравнительная эффективность проекта; $I_{мэ}^p$ – интегральный показатель разработки; $I_{мэ}^a$ – интегральный технико-экономический показатель

аналога.

Сравнение значений интегральных показателей эффективности (таблица 39) позволило определить, что существующий вариант решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности является наиболее приемлемым.

Таблица 39 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатели	Разработка	Аналог 1
1	Интегральный финансовый показатель разработки	0,8	1
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	5	4,5
3	Интегральный показатель эффективности	6,25	4,5
4	Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,4	-

Вывод: при сравнении значений интегральных показателей эффективности можно сделать вывод, что существующий вариант решения поставленной в магистерской диссертации технической задачи с позиции финансовой и ресурсной эффективности является наиболее приемлемым.

Список публикаций

1. Нгуен Ван Тхань, Старовойт М.В., **Хаялиева Л.Р.** Защитные покрытия на основе нефтеполимерных // Сборник научных трудов XXII Международного научного симпозиума имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых «Проблемы геологии и освоения недр», Томск: Изд-во ТПУ, 2 – 7 апреля 2018 г.

2. **Хаялиева Л. Р.** // Сборник научных трудов XIX Международной научно-практической конференции имени профессора Л.П. Кулева студентов и молодых ученых «Химия и химическая технология в XXI веке», Томск: Изд-во ТПУ, 21 – 24 мая 2018 г, 20 – 23 мая 2019 г.

3. **Хаялиева Л. Р.** // Сборник научных трудов 73-ей Международной молодежной научной конференции «Нефть и газ-2019», Москва: РГУ нефти и газа (НИУ) имени И. М. Губкина, 23-26 апреля 2019 г.